

End of Result Set



Generate Collection

L3: Entry 1 of 1

File: JPAB

Mar 25, 1986

PUB-NO: JP361058153A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 61058153 A

TITLE: AUTOMATIC MASS SPECTROSCOPE UNIT

PUBN-DATE: March 25, 1986

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

YANO, MASAYOSHI

US-CL-CURRENT: 250/288

INT-CL (IPC): H01J 49/04; G01N 27/62

ABSTRACT:

PURPOSE: To enable long time fully unattended continuous measurements by mounting two or more probes on which a sample is loaded on a disk that is rotating, sequentially moving it to an ionization box, and automatically controlling the operation that performs mass spectrometric analysis.

CONSTITUTION: Two or more probes 2 on which a pipet 1 is mounted in a standby vacuum chamber 4 that is connected to an ion source housing 6 including an ionization box 7 and a heater 8 through a valve 5 is mounted concentrically on a disk 12 that can be rotated by a motor 14 and the probes 2 that are made coaxial with the sample induction port 1A of the ionization box 7 are moved by the motor 16, rotary screw 17, and feed nut 18 and a mechanism that locates the pipet 1 in the vicinity of the heater 8 is housed. Then, a computer 24 controls the operation in which the probes 2 are sequentially made to approach to the ionization box 7 and mass spectrometric analysis is made. As a result, automatically continuous measurements are enabled and efficiency can be improved.

COPYRIGHT: (C)1986,JPO&Japio

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭61-58153

⑬ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和61年(1986)3月25日

H 01 J 49/04
// G 01 N 27/62

6680-5C
F-7363-2G

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 自動質量分析装置

⑯ 特 願 昭59-178343

⑰ 出 願 昭59(1984)8月29日

⑱ 発 明 者 矢 野 正 義 勝田市市毛882番地 株式会社日立製作所那珂工場内
⑲ 出 願 人 株式会社日立製作所 東京都千代田区神田駿河台4丁目6番地
⑳ 代 理 人 弁理士 高橋 明夫 外2名

明 細 書

発明の名称 自動質量分析装置

特許請求の範囲

1. イオン化箱近傍に試料を導入し、該試料を加熱気化する手段からなる直接試料導入装置を有する自動質量分析装置において、前記試料を装荷保持する複数のプローブと、これらのプローブを同心状に軸方向に移動可能に保持するディスクと、これらのプローブおよびディスクを回転可能に収納する予備真空室と、これらのプローブを前記イオン化箱近傍へ順次移送する手段とを有し、前記ディスクの回転手段、プローブの移送手段、試料の加熱手段および測定データの処理手段とを連動して制御する制御装置を設けたことを特徴とする自動質量分析装置。

発明の詳細な説明

〔発明の利用分野〕

本発明は自動質量分析装置に係り、特に直接試料導入装置の自動化により全自動連続測定が可能な自動質量分析装置に関する。

〔発明の背景〕

近年質量分析装置においては、そのほう大な量の情報を処理するためのデータ処理装置は必須のものとなつてゐる。従がつて質量分析装置自体の自動制御の必要性も高まつてゐるが、従来このための制御は比較的少ない部分にしか行われてゐなかつた。従来の質量分析装置の直接試料導入装置には、第3図に示す装置が実公昭59-2521号公報によつて提案されている。該図において、1個のピベット1が1本のプローブ2に装荷されており、このプローブ2は排気系3で排気された予備真空室4内に軸方向移動可能に装荷されている。この予備真空室4はバルブ5を介してイオン源ハウジング6に固設され、このイオン源ハウジング6内にイオン化箱7およびヒータ8が設けられ、このイオン化箱7の試料導入口とヒータ8とは前記プローブ2と同心状に配設されている。このように構成された本装置においては、プローブ2をイオン化箱7に向つて進ませ、ピベット1が1Aの位置に来たときにヒータ8によつて加熱し、

試料を気化してイオン化箱7に導入してイオン化し、このイオン流9をレンズスリット10およびアーススリット11を通して質量分析部に導入する。

上記のように構成された従来例においては、プローブ2は1個でありこのプローブ2に装着されたビベット1即ち試料数もまた1個しかなく、またプローブの挿入、引抜は全く手動であつた。前記公知例においてはプローブ2へのビベット1の供給は自動化しているが、測定操作そのものは手動であつた。従がつてデータ処理を含む全自動連続測定は不可能であつた。

〔発明の目的〕

本発明は上述の点に鑑みてなされたもので、その目的とするところは、連続無人測定の可能な自動質量分析装置を提供するにある。

〔発明の概要〕

本発明は質量分析用の試料を1箇所ずつ装着する複数のプローブをディスクの周辺近くに同心状に、しかも軸方向移動可能に設け、このディスク

回転軸13を介して、排気系3により 10^{-7} torrオーダーに排気された予備真空室4内に回転自在に支承されている。この予備真空室4はバルブ5を介してイオン源ハウジング6に連結されており、このイオン源ハウジング6内にはイオン化箱7とヒータ8とが設けられている。このイオン化箱7の試料導入口とヒータ8とは前記プローブ2のうちの1本と同心となるように配設されている。これらのプローブ2の前記ビベット1が装着される一端と反対側の一端には部2aが形成されており、前記予備真空室4に設けられた中空円盤状の案内板15に摺動自在に嵌合しており、プローブ2が前記ヒータ8と同心となる位置における案内板15には、このプローブ2が案内板15より離脱可能とする切欠部15aが形成されている。この位置において該プローブ2は回転手段16によつて回転するネジ17と送りナット18の啮合によつて左右方向に移動されるようになつており、ビベット1とプローブ2がそれぞれ1A、2Aの位置に移動される。この位置においてビベット1の

を回転して前記複数のプローブのうちの1個をイオン化箱に対向する位置にし、このプローブを移送手段を介して該イオン化箱に近接させ、加熱気化してイオン化箱内でイオン化させて質量分析部へ導入する構成とし、しかもこれらの各工程を1サイクル毎に連動して制御装置によつて制御することにより、質量分析を完全に無人化自動化したものである。

〔発明の実施例〕

以下本発明に係る自動質量分析装置の一実施例を図面を参照して説明する。

第1図に本発明の一実施例を示す。該図において第3図に示す部分と同一または同等の部分は同一符号にて示す。複数のビベット1は同数のプローブ2にそれぞれ1箇所ずつ装着される。これらのプローブ2はディスク12に同心状にかつこのディスク12に対して直角に軸方向に移動可能に装着されており、このディスク12に固設された回転軸13を介して回転手段、たとえばパルスモータ14により回転される。このディスク12は

外周をとりまくようにヒータ8が設けられている。この位置で加熱気化された試料分子流19はイオン化電子流20によつてイオン化され、レンズスリット10とアーススリット11を通過してイオン流9となり、質量分析部21に導入されるようになつている。この質量分析部21は増倍器22、インターフェース23を介してコンピュータ24に接続されている。同様に前記ヒータ8、前記予備真空室4に設けた真空計25、前記回転手段16、14がそれぞれインターフェース26、27、28、29を介して前記コンピュータ24に接続されている。

上記のように構成された本実施例につき以下にその動作を説明する。真空計25により予備真空室4の真空度がチェックされると、イオン化箱7に対向しているプローブ2がイオン化箱7に向つて進み1A、1Bの位置で停止する。この位置は回転手段16の回転数によつて検知され、コンピュータ24によつてヒータ8の加熱が開始され、試料が気化されて試料分子流19となつてイオン

化箱7に導入され、このイオン化箱7内でイオン化電子流20によつてイオン化され、レンズスリット10とアーススリット11を通過してイオン流9となつて質量分析部21に入る。この質量分析部21において質量分析された信号が増巾器22およびインターフェース23を介してコンピュータ24に入力し、収集記録される。この状態で試料に応じて予め設定された分析時間が経過すると、コンピュータ24のデータ収集は停止し、ヒータ8の加熱も停止して冷却に向う。一定時間後プローブ2は回転手段16の回転により2Aの位置から原位置2まで戻り、さらに回転手段14、従つてディスク12が所定量(たとえばプローブが8個付の場合は45°)回転して次のプローブ2がイオン化箱7に対向する位置にくる。なお各ビベットへの試料充填は交換窓30から前もつて行なつておく。以上が一試料に対する測定サイクルとなる。

第2図にこのサイクルのタイミング図を示す。回転手段14、16の作動を中心とするオートサ

した条件通りに測定が進行するので、貴重な微量試料を浪費することがない。さらにまた、一試料毎の交換を必要としないので空気の導入がなく、空気中の水などによるバックランドの変化、排気操作による真空ポンプ油の逆流付着などがなく、一定状態下での測定継続が可能となるので、分析結果の質的向上ができる。

〔発明の効果〕

上述のとおり本発明によれば、回転するディスクに複数本のプローブを装着し、順次自動的にイオン化箱に移動して試料を加熱して質量分析をし、しかも各動作をコンピュータによりシーケンス制御したものであるから、長時間の完全無人連続測定が可能となり、能率の向上や人手の削減ができるようになったので、その効果は大である。

図面の簡単な説明

第1図は本発明に係る自動質量分析装置の一実施例を示すシステムブロック図、第2図は本発明の一実施例における全システムのシーケンスを示す動作タイミング図、第3図は従来の質量分析装

ンブラにおいては、真空度チェック31完了後回転手段16の回転が開始し試料導入32がなされる。この直後ヒータ制御系の升温開始35とデータ処理装置によるデータ収集開始40が同時になされる。設定された升温速度によりヒータ3が加熱され設定温度に達すると升温停止36となり、続いて一定時間の保持があり、この一定時間経過後オートサンブラにおけるプローブ引抜33と、ヒータ冷却開始37、データ収集終了41が同時になされる。冷却終了38後回転手段14により次のサンプル送り(図示せず)がなされ、各系が次のサイクル34、39、42に入る。

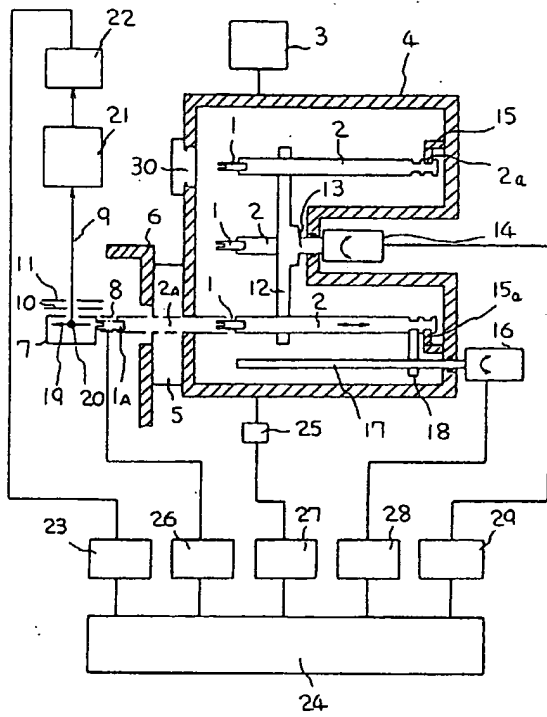
上述のように本実施例によれば、試料導入-加熱-分析-データ収集-冷却-試料引抜からなる1サイクルの測定時間が1試料につき1~2時間を要する場合に、1つのディスクに8試料を装荷したものとすれば全試料を測定するには8~16時間を要することになるが、この間全く無人で測定できるので、夜間測定が可能となり人手削減と能率向上などに大きい効果がある。また予め設定

置の一例を示す構成図である。

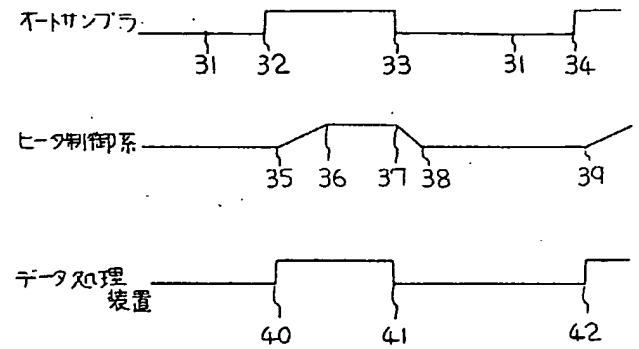
1…ビベット、2…プローブ、4…予備真空室、7…イオン化箱、8…ヒータ、12…ディスク、14、16…回転手段、21…質量分析部、24…コンピュータ。

代理人 弁理士 高橋明夫

第1図



第2図



第3図

